

ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

УДК

669-1

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по науке

_____ Кружаев В.В.

«___» _____ 2013

ОТЧЕТ

О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

В рамках выполнения п.2.1.2.1 Плана реализации мероприятий Программы развития
УрФУ на 2013 год

ПО ТЕМЕ:

Изучение влияния режимов обработки на ориентацию кристаллической решетки металлов
и сплавов с кубической и гексагональной решеткой

(Заключительный)

Зав.кафедрой

(подпись, дата)

_____ А.А. Попов

Научный руководитель

(подпись, дата)

Исполнитель

(подпись, дата)

_____ М.С. Карабаналов

РЕФЕРАТ

1. ФИО автора (ов): Карабаналов Максим Сергеевич, Karabanalov Maxim
2. Аннотация: Целью выполняемой работы является изучение влияния режимов термической, механической и термомеханической обработок на ориентацию кристаллической решетки материалов при помощи современного оборудования установленного в Уральском федеральном университете. В работе проведено изучение, влияния режимов термической, механической и термомеханической обработок на образование вторых фаз, ориентацию кристаллической решетки материалов, методами растровой электронной микроскопии и дифракции обратнорассеянных электронов.

The aim of the work is the study on the effect of thermal, mechanical and thermo-mechanical treatments on the orientation of the crystal materials lattice. In the paper the study on the effect of thermal, mechanical and thermo-mechanical treatments on the formation of secondary phases and the orientation of the crystal materials lattice by scanning electron microscopy and electron backscatter diffraction

3. Ключевые слова: кристаллическая решетка, фаза, режим обработки, растровый электронный микроскоп, дифракция обратнорассеянных электронов.

Crystal lattice, phase, treatment regime, scanning electron microscope, electron backscatter diffraction.

4. Тема отчета: Изучение влияния режимов обработки на ориентацию кристаллической решетки металлов и сплавов с кубической и гексагональной решеткой.

Investigation the effect of machining conditions on the orientation of the crystal lattice of metals and alloys with cubic and hexagonal lattice

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
1. Изучение начальных стадий процесса вторичной рекристаллизации методами дифракции обратно рассеянных электронов	3
2. Формирование полос локализации деформации при холодной прокатке монокристалла (110)[001]	6
3. Электронно-ионная микроскопия включений оксида меди	9
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	11
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	12

ВВЕДЕНИЕ

Темпы развития исследовательского оборудования в настоящее время очень высоки и то о чем раньше можно было только мечтать в настоящее время становится реальностью. Так развитие электронной микроскопии привело к тому, что теперь можно не только изучать поверхность материалов, но и воздействовать на эту поверхность. А появление дополнительных аналитических приставок к электронным микроскопам позволяет получать уникальную информацию о структуре, химическом составе и ориентации кристаллической решетки на мезо и нано уровне. Решение задач по получению высокого уровня физических или механических свойств большой группы металлических материалов с ОЦК-решеткой связано с пониманием механизмов формирования в них мезоструктуры деформации и закономерностей ее эволюции в процессе последующих термических воздействий. Однако, наряду с мезоструктурой, не последнюю роль в формировании свойств играет выделение вторых фаз, а также протекание процессов выделения и растворения фаз.

Таким образом, целью настоящей работы было изучение влияния режимов термической, механической и термомеханической обработок на ориентацию кристаллической решетки материалов при помощи современного оборудования установленного в Уральском федеральном университете.

1. ИЗУЧЕНИЕ НАЧАЛЬНЫХ СТАДИЙ ПРОЦЕССА ВТОРИЧНОЙ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ МЕТОДАМИ ДИФРАКЦИИ ОБРАТНО РАССЕЯННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ

Структура металла на начальных стадиях вторичной рекристаллизации (ВР) показана на рисунке 1. Эффективная температура начала вторичной рекристаллизации для всех образцов оказалась равной $\sim 900^{\circ}\text{C}$. Очевидно, что реальная температура начала вторичной рекристаллизации составляет величину на несколько десятков градусов меньше.

Формирование центров ВР происходило преимущественно в подповерхностной области, в горизонтах, отстоящих от поверхности на $1/10 \dots 1/6$ толщины образцов (рис. 1). Интересно отметить, что исследуемые области структуры содержали существенно большее количество аномально растущих зерен на единицу площади поверхности, чем фиксируется в материале, где полностью прошла вторичная рекристаллизация. Т.е. не все вторичнорекристаллизованные зерна дорастают до макро размеров, часть из них поглощаются другими растущими кристаллитами.

На рисунке 1, в приведена структура области, содержащей одно anomalно растущее зерно. Исходя из прямой полюсной фигуры (ППФ) (рис. 1, г) можно сделать вывод, что растущее зерно, ось $[001]$ которого отклонена от направления прокатки (НП) на $\sim 15^\circ$, является характерным представителем кристаллитов составляющих структуру, полученную в результате низкотемпературной вторичной рекристаллизации.

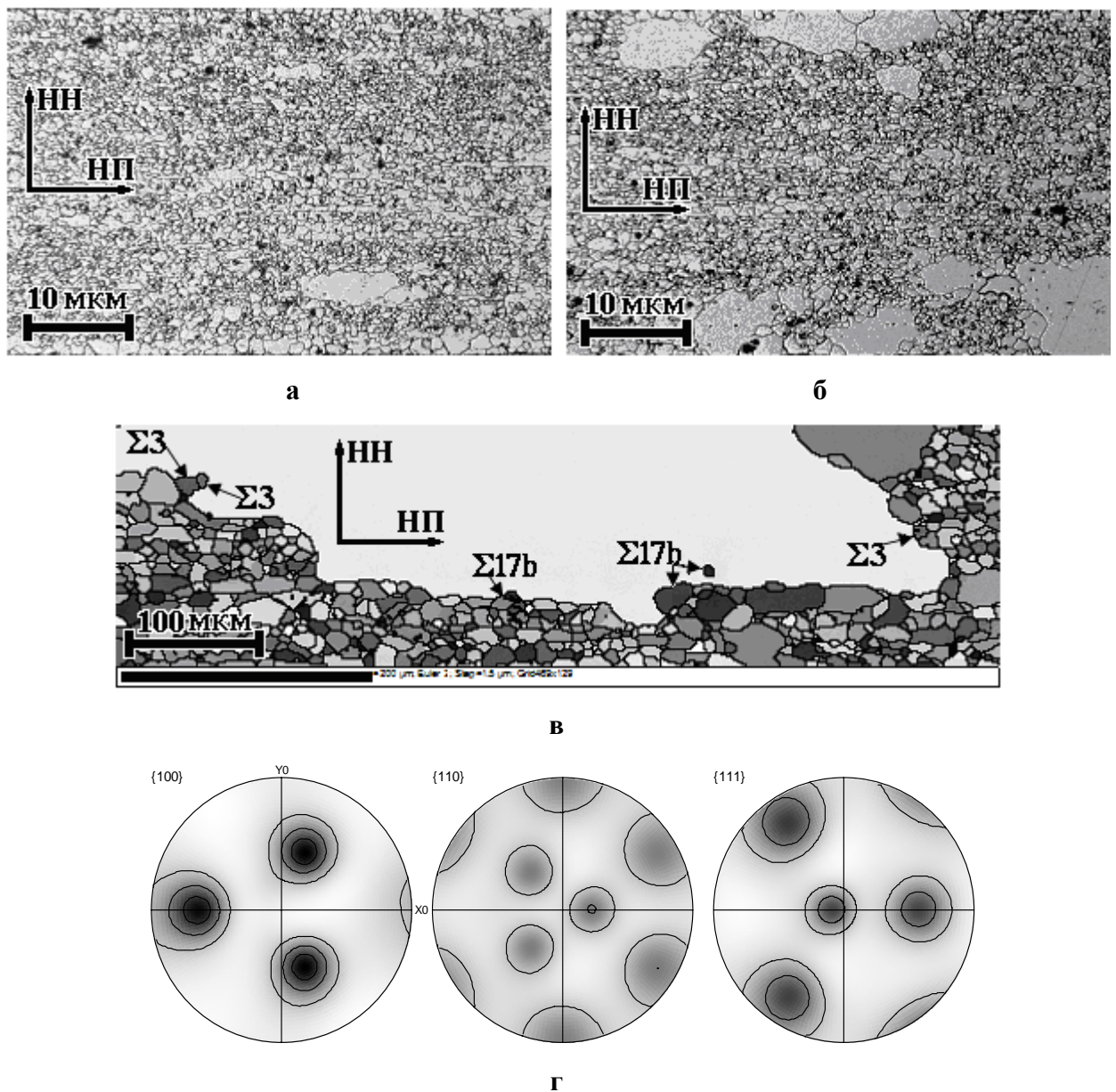
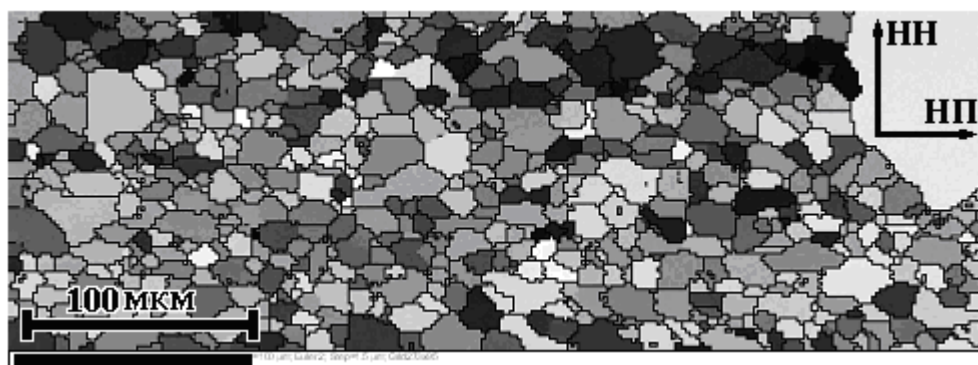


Рисунок 1 Начальные стадии вторичной рекристаллизации в образцах сплава $Fe-3\%Si$
а, б – микроструктура; в – ориентационная карта с указанием специальных границ; г –
ППФ $\{100\}$, $\{110\}$, $\{111\}$, изображенной на «в» области

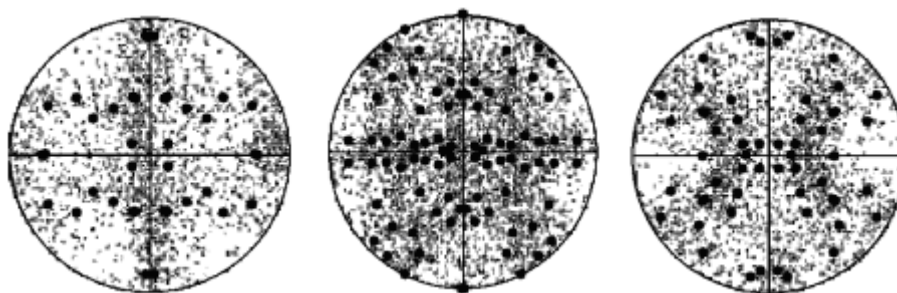
В ряде случаев внутри anomalно растущих зерен наблюдались мелкие кристаллиты практически сферической формы, являющиеся остатками поглощаемой матрицы (рисунок 1, в). Также на достаточно гладком фронте anomalно растущего зерна иногда наблюдаются не поглощенные отдельные зерна или группы кристаллитов матрицы. Эти кристаллиты имеют с anomalно растущим зерном специальные границы $\Sigma 3$, либо близкие к ней $\Sigma 17b$ (оси поворотов $\langle 111 \rangle$ и $\langle 221 \rangle$, углы поворотов 60° и 62° ,

соответственно). Данный факт однозначно подтверждает низкую подвижность специальной границы $\Sigma 3$.

Методом ориентационной микроскопии были проведены исследования ориентировок мелких зерен, находящихся между аномально растущими кристаллитами, т.е. матрицы вторичной рекристаллизации (рисунок 2, а). Полученные ППФ позволяют идентифицировать текстуру матрицы вторичной рекристаллизации как сильно рассеянную (близкую к аксиальной) ориентировку $\{hkl\}\langle 001 \rangle$.



а



б

в

г

а – ориентационная карта; б, в, г – ППФ $\{100\}$, $\{110\}$, $\{111\}$, соответственно; ● – полюса ориентировок, находящиеся в специальной разориентации $\Sigma 5$ по отношению к ориентировкам $\{110\}\langle 115 \rangle$

Рисунок 2 Микроструктура и текстура области образца сплава $Fe - 3\% Si$, в которой началась вторичная рекристаллизация

Согласно [1] в случае низкотемпературной ВР ($T_{НВР} \sim 900^\circ$) среди зародышей аномального роста преобладают зерна с ориентировками близкими к $\{110\}\langle 115 \rangle$ (или $(110)[001] \pm 16^\circ$), которые имеют с ближайшим окружением специальные границы типа $\Sigma 5$. На рисунке 2, б-г показаны полюса для всех возможных ориентировок, находящихся в специальной разориентации $\Sigma 5$ по отношению к ориентировкам $\{110\}\langle 115 \rangle$ (основным в текстуре вторичной рекристаллизации). Теоретические полюсные фигуры строились поворотом на угол 37° вокруг кристаллографических осей $\langle 100 \rangle$ [2] для двух ориентировок $\{110\}\langle 115 \rangle$. Полученный результат показывает хорошее совпадение теоретической текстуры (с учетом возможных рассеяний ориентировок) с реальной, и может служить косвенным доказательством доминирующей роли специальных границ $\Sigma 5$

при образовании зародышей аномального роста в процессе низкотемпературной вторичной рекристаллизации, приводящей к рассеянной текстуре.

Таким образом было установлено, что при прохождении низкотемпературной вторичной рекристаллизации ($T_{HBP} \leq 900\text{ }^{\circ}\text{C}$) в техническом сплаве Fe - 3 % Si преимущественно растут зерна с ориентировками близкими к $\{110\}\langle 115\rangle$. Установлено, что аномально растущие зерна в последнюю очередь поглощают кристаллиты, имеющие с ними специальные границы $\Sigma 3$ или $\Sigma 17b$. Показано, что ориентации зерен, выросших при низкотемпературной вторичной рекристаллизации, близки к ориентациям, находящимся в разориентировке $\Sigma 5$ к большинству кристаллитов составляющих поглощаемую матрицу.

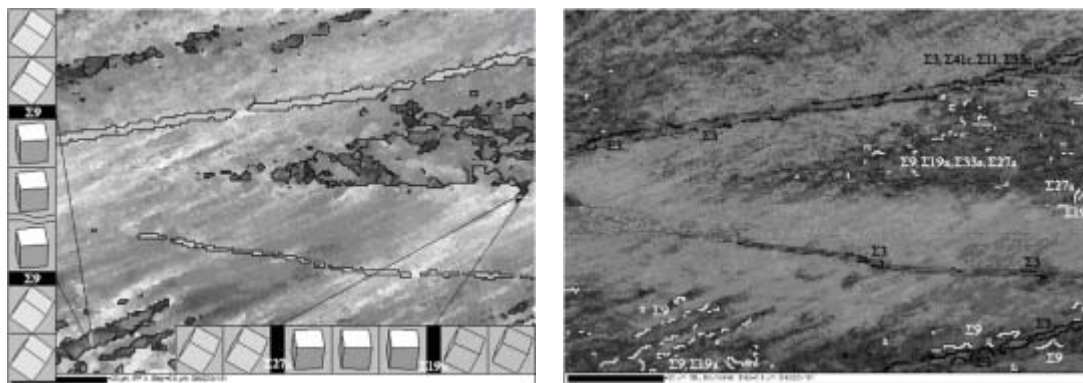
2. ФОРМИРОВАНИЕ ПОЛОС ЛОКАЛИЗАЦИИ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКЕ МОНОКРИСТАЛЛА (110)[001]

При достаточно больших степенях деформации ($\epsilon > 50\%$) образцы имели развитую мезоструктуру, состоящую из деформационных полос разделенных переходными полосами. Также в структуре наблюдались утоненные, иногда разделенные на отдельные фрагменты деформационные двойники, возникшие на начальной стадии процесса прокатки. При отмеченной степени деформации в металле в деформационных полосах фиксировалось образование областей, расположенных под углом $\sim 20^{\circ}$ к плоскости прокатки (рис. 3, а). В окрестности данных областей наблюдается высокая плотность дислокаций. Согласно классификации приведенной в [3], эти области могут быть определены как полосы сдвига тип II (далее по тексту ПС-II).

Металлографический анализ большого числа деформированных монокристаллов показал, что ПС-II, как правило, наблюдаются вблизи границ деформационных полос, плоскость их габитуса залегает параллельно действующим плоскостям скольжения $\{112\}$ деформированной матрицы. При этом ПС-II, имеющие одну и ту же плоскость габитуса, находятся в пределах одной деформационной полосы. Деформационные полосы, сформированные внутри деформированных монокристаллов с кристаллической решеткой исходно близкой к $(110)[001]$, имеют ориентировки близкие к одной из двух симметричных октаэдрических ориентаций $\{111\}\langle 112\rangle$ (рис. 3, а). Ориентация кристаллической решетки внутри ПС-II, которые образуются в деформационных полосах с октаэдрической ориентировкой, находится в почти точной ориентации $(110)[001]$ (рис. 3, б, в).

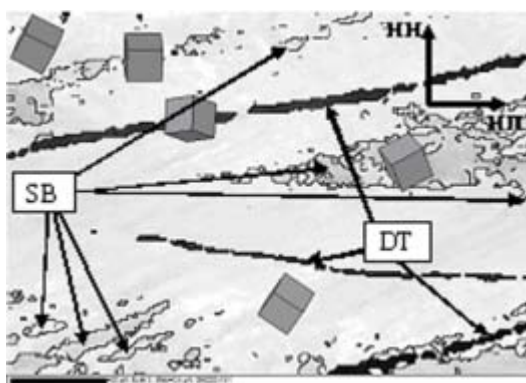
Интересным фактом является наличие между ПС-II и окружающей их матрицей точных специальных разориентаций. Специальные разориентации фиксируются в виде участков специальных границ, прерывающихся или переходящих одна в другую.

Исследование изменения ориентации кристаллической решетки в матрице и внутри обнаруженных полос по пересекающим их направлениям, показывает неизменность ориентации в пределах объектов, составляющих мезоструктуру, и скачкообразное изменение ориентации при пересечении границы (рис. 3, б).



а

б



в

Рисунок 3. Микроструктура монокристалла сплава $Fe-3\%Si$ после холодной прокатки со степенью деформации $\epsilon \sim 50\%$

а – ориентационная карта с пространственным изображением элементарных ячеек; б – ориентации внутри/около ПС с пространственным изображением элементарных ячеек; в – ориентационная карта с выделением специальных границ; DT – деформационные двойники; SB – полосы сдвига

Таким образом показано, что в монокристалле $(110)[001]$ сплава $Fe-3\%Si$ при достаточно больших степенях деформации ($\epsilon > 50\%$) наблюдается образование полос локализации деформации, расположенных под углом $\sim 20^\circ$ к плоскости прокатки. Полосы характеризуются плоскостью габитуса практически параллельной плоскостям $\{112\}$ матрицы, в которой они образуются, и наличием четко выраженной ребровой ориентации $(110)[001]$, которая находится в специальной разориентации $\Sigma 9$ (и близкими к ней) с матрицей.

3. ЭЛЕКТРОННО-ИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ ВКЛЮЧЕНИЙ ОКСИДА МЕДИ

Для установления наличия пор вокруг оксида Cu_2O меди использовали метод ионного травления. Травление осуществляли в том же дуэльном электронно-ионном микроскопе системы ZEISS CrossBeam AURIGA за счет автоэмиссии ионов галлия. На поверхности шлифа вблизи залегания оксида задавали площадь для травления трапецевидной формы с длинным основанием в медной матрице, а короткое основание было расположено в теле оксида. При сканировании ионным пучком по заданной площади происходит удаление вещества с поверхности шлифа под действием ионной бомбардировки. Таким образом, рядом с оксидом образуется «ямка». Травление осуществляли со стороны большого основания в направлении оксида с целью уменьшения зарастания получаемой «ямки» вытравливаемой медью. Сканирование осуществляли в два этапа. Первое сканирование дало предварительное углубление не на всю необходимую глубину, а второе сканирование ионным пучком по заданной поверхности привело к необходимому углублению «ямки» с полным продольным разрезом анализируемой частицы (рис. 4а).

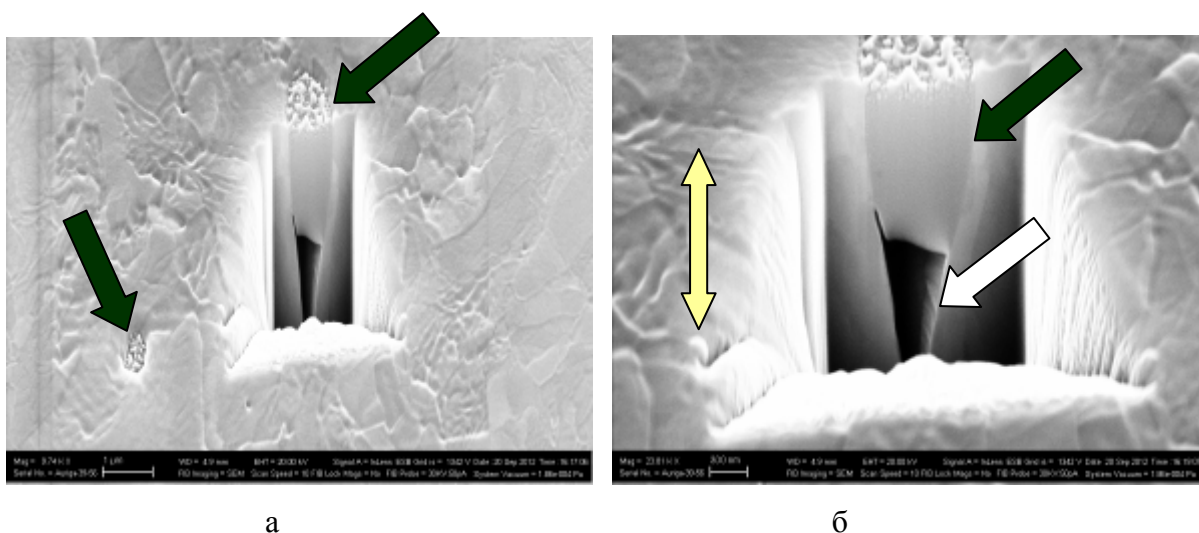


Рисунок 4. Частицы оксидов меди (темные стрелки), срез около частицы оксида меди шириной около 700 нм и пора (светлая стрелка) после ионного травления поперечного сечения проволоки диаметром 1.38 мм при увеличении: а – $\times 6400$; б – $\times 15000$, двойная стрелка – направление растягивающих напряжений и деформаций удлинения при предшествующей деформационной обработке

После окончательного травления можно наблюдать продольный срез частицы оксида меди, около которой наблюдается конусообразная пора, расширяющаяся у основания оксида. Как сама частица оксида, так и расположенная рядом пора вытянуты вдоль направления действия растягивающих напряжений и деформаций удлинения, возникающих при деформационной обработке. Поверхность поры имеет небольшой «складчатый» рельеф. С левой стороны частицы, показанной на рисунке 4, наблюдается ее

отслоение от меди, переходящее в пору. Это отслоение может быть вызвано несимметричным приложением напряжений при предшествующей обработке.

После ионного травления поверхность, как оксида, так и зерен меди поперечном сечении оказывается сильнее вытравлена и имеет больший рельеф, по сравнению с нетравленным состоянием. При этом наблюдаемые вкрапления и углубления в медной матрице, зафиксированные после электрополировки, практически исчезают (рис. 4). Кроме того видно, что в продольном сечении зерна меди имеют характерную вытянутую форму, получаемую в ходе волочения. Нижняя поверхность оксида вблизи поры имеет достаточно ровный край, похожий на скол.

В ходе работы, доказано возникновения полостей (пор) вокруг частиц оксида меди в проволоке, подвергнутой однонаправленной деформационной обработке. Выявлено, что частицы оксида меди представляют собой включения, ориентированные длинной осью в направлении предшествующей деформации растяжения, а образующиеся около нее поры вытянуты в том же направлении.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе работы, методами растровой электронной микроскопии и дифракции обратно рассеянных электронов, было установлено:

1. При прохождении низкотемпературной вторичной рекристаллизации ($T_{HVP} \leq 900^\circ\text{C}$) в техническом сплаве Fe - 3 % Si преимущественно растут зерна с ориентировками близкими к $\{110\}\langle 115 \rangle$. Установлено, что аномально растущие зерна в последнюю очередь поглощают кристаллиты, имеющие с ними специальные границы $\Sigma 3$ или $\Sigma 17b$. Показано, что ориентации зерен, выросших при низкотемпературной вторичной рекристаллизации, близки к ориентациям, находящимся в разориентировке $\Sigma 5$ к большинству кристаллитов составляющих поглощаемую матрицу.
2. В монокристалле (110)[001] сплава Fe-3%Si при достаточно больших степенях деформации ($\epsilon > 50\%$) наблюдается образование полос локализации деформации, расположенных под углом $\sim 20^\circ$ к плоскости прокатки. Полосы характеризуются плоскостью габитуса практически параллельной плоскостям $\{112\}$ матрицы, в которой они образуются, и наличием четко выраженной ребровой ориентации (110)[001], которая находится в специальной разориентации $\Sigma 9$ (и близкими к ней) с матрицей.
3. Доказано возникновения полостей (пор) вокруг частиц оксида меди в проволоке, подвергнутой однонаправленной деформационной обработке. Выявлено, что частицы оксида меди представляют собой включения, ориентированные длинной осью в направлении предшествующей деформации растяжения, а образующиеся около нее поры вытянуты в том же направлении.

По результатам проделанной работы подготовлены 3 печатные работы, из них, одна работа принята в печать и готовится к выпуску, и две работы отправлены в редакцию.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. *Грабский М.В.* Структура границ зерен в металлах. М.: Металлургия. 1976. 160С.
2. *Shimizu R., Harase J. and Dingley D.J.* Prediction of secondary recrystallization in *Fe-3%Si* by three-dimensional texture analysis // *Acta Mater.* 1990. V. 38. P. 973-978.
3. *K. Ushioda and W. B. Hutchinson.* // *ISIJ Int.* 1989. V. 29. P. 862-867.